

⑩ 日本国特許庁 (JP)
 ⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
 昭55—98152

⑬ Int. Cl.³
 C 07 C 127/19
 A 01 N 47/30

識別記号

庁内整理番号
 6794—4H
 7142—4H

⑭ 公開 昭和55年(1980)7月25日

発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑯ フェニル尿素誘導体

⑰ 特 願 昭54--2267
 ⑱ 出 願 昭54(1979)1月16日
 ⑲ 発 明 者 高橋健爾
 伊勢原市下落合499-23
 ⑳ 発 明 者 大山廣志

⑳ 発 明 者 茅ヶ崎市堤348番地B-22-19
 和田拓雄
 秦野市下大槻410番地下大槻団
 地1-10-304
 ㉑ 出 願 人 北興化学工業株式会社
 東京都中央区日本橋本石町4丁
 目2番地

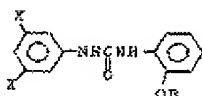
明 細 書

1 発明の名称

フェニル尿素誘導体

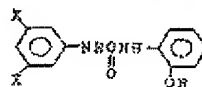
2 発明の範囲

1) 一般式



(但し X はハロゲン原子を示し R は水素原子、低級アルキル基、低級アルキルカルボニル基または低級アルキルカルバモイル基を示す)で表わされるフェニル尿素誘導体

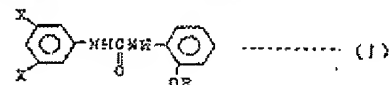
2) 一般式



(但し X はハロゲン原子を示し、R は水素原子、低級アルキル基、低級アルキルカルボニル基または低級アルキルカルバモイル基を示す)で表わされるフェニル尿素誘導体を有効成分として含有することを特徴とする農用殺菌剤

3 発明の詳細な説明

本発明は新規で有用なフェニル尿素誘導体に関するものであり詳しくは一般式(1)



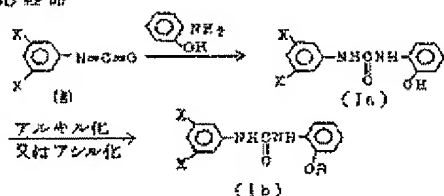
(但し X はハロゲン原子を示し、R は水素原子、低級アルキル基、低級アルキルカルボニル基または低級アルキルカルバモイル基を示す)で表わされるフェニル尿素誘導体およびこれらの誘導体を有効成分として含有することを特徴とする農用殺菌剤に関するものである。

本発明者等は農用殺菌剤の病害防除に有用な薬剤を開発するべく多数の化合物を探索した。その結果簡記一般式(1)で表わされるフェニル尿素誘導体が極めて高い防除活性を示し農用殺菌剤として特に稲のいもち病、こま葉病、キヌワリのと病等に優れた防除効果を有する優れた薬剤であることを見出した。

簡記一般式(1)の化合物は次の炭素結合により

製造することができる。

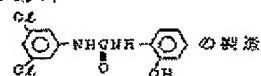
反応経路



(上記式中 X, R は一般式(1)と同じ意味を有する)

次に本発明化合物を製造する方法を例示する。

実施例 1

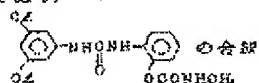


300ml フラスコに 2-アミノフェノール 18.8g、トリエチルアミン 100ml、アセトン 100ml を入れ水浴下撹拌しながら 3,4-ジクロロフェニルイソシアネート 12.0g をアセトン 30ml に溶解し滴下した。撹下後 2 時間撹拌を続けた。反応終了後、アセトンを減圧にて除去すると縮合化合物が 29.5g 淡茶色結晶として得られた。ジオキサン-アセ

- 3 -

ル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g とトリエチルアミン 10.1g とクロホルム 150ml を入れ、アセナルクロライド 2.8g をクロホルム 30ml に溶解し撹拌しながら水浴下撹下した。撹下後 1 時間撹拌を続けた。反応終了後水を加え有機層を分離した。有機層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥し減圧にて溶媒を除去すると縮合化合物が 32.6g 淡茶色結晶として得られた。アセトン-シクロヘキサン混合溶液で再結晶すると白色結晶となり融点 182.0~184.0℃を示した。

実施例 2



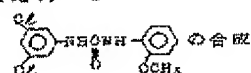
300ml フラスコに 5-(3,5-ジクロロフェニル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g、テトラヒドロフラン 150ml、メチルイソシアネート 6.5g、トリエチルアミン 100ml を入れ室温で 2 時間撹拌した。減圧にて溶媒を除去する縮合化合物が 35.3g 淡茶色結晶として得られた。

- 5 -

特開 昭55-98152(2)

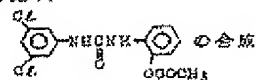
トン混合溶液で再結晶すると白色結晶となり融点 185.0~185.5℃を示した。

実施例 2



300ml フラスコに 5-(3,5-ジクロロフェニル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g とジメチル炭酸 12.6g と無水炭酸カリウム 13.6g とアセトン 150ml を入れ 4 時間撹拌した。反応終了後、水とベンゼンを加え有機層を分離した。有機層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧にて溶媒を除去すると縮合化合物が 30.5g 淡茶色結晶として得られた。アセトンにて再結晶すると白色結晶となり融点 184.0~185.0℃を示した。

実施例 3



300ml フラスコに 5-(3,5-ジクロロフェニル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g とトリエチルアミン 10.1g とクロホルム 150ml を入れ、アセナルクロライド 2.8g をクロホルム 30ml に溶解し撹拌しながら水浴下撹下した。撹下後 1 時間撹拌を続けた。反応終了後水を加え有機層を分離した。有機層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥し減圧にて溶媒を除去すると縮合化合物が 32.6g 淡茶色結晶として得られた。アセトン-シクロヘキサン混合溶液で再結晶すると白色結晶となり融点 182.0~184.0℃を示した。

- 4 -

アセトン-テトラヒドロフラン混合溶液で再結晶すると白色結晶となり融点 180.0~182.0℃を示した。

前記一般式(1)の代表化合物を例示すると第 1 表のとおりであるが本発明はこれらに限製されるものではない。

第 1 表

化合物番号	化学構造式	物性値融点(℃)
1		185.0~185.5
2		184.0~185.0
3		182.0~184.0
4		180.0~182.0

- 6 -

化合物番号は以下の実施例および試験例において参照される。

本発明化合物を農園芸用殺菌剤として使用する場合は粉剤（上し型あるいはフローノスト殺菌剤を含む）、水和剤、乳剤、粒剤、微粒剤およびその他の態に行なわれる形態の剤として使用することが可能である。本発明に使用される担体、または液体のいずれでもよく、また特定の担体に関連されるものではない。固体担体としては例えば堆肥の粘土類、カオリン、クレー、けいろう土、タルク、シリカ類等が挙げられ、液体担体としては本発明に係る有効成分化合物に対して溶解となるものおよび非溶解であっても補助剤により有効成分化合物を分散または溶解しうるものならは使用しうる。例えば、ベンゼン、キシレン、トルエン、クロシン、アルコール類、ケトン類、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド類が挙げられる。これに適當な界面活性剤、その他の補助剤例えば微細剤、分散剤等を混合し、水和剤あるいは乳剤として使用できる。また本発明化合物は僅力

- 7 -

70%を含む水和剤を得る。

実施例2（粒剤）

化合物番号4の化合物5部、ラウリルスルファート1.5部、リグニンスルホン酸カルシウム1.5部、ベントナイト2.5部および白土6.7部にクレ-1.5部を加えて混練機で混練した準産粒し死菌乾燥機で乾燥すると5%粒剤を得る。

次に本発明に係る農園芸用殺菌剤の防除効果を試験例により具体的に説明する。

試験例1 水稲のいもち病防除効果試験（予防）

温室内で直径9mの茶鉢鉢で土耕栽培した水稲（品種：朝日）の第3葉期苗に実施例2に準じて調製した乳剤の所定濃度薬液をベルジャーダスターを用いて均一に散布した。散布1日後にいもち病菌孢子懸濁液を噴霧接種した。接種後一夜恒温条件（湿度95～100%、温度24～25℃）に保つた。接種5日後に第3葉の1葉あたりの病斑数を調査し防除率を下記式により算出した。

$$\text{防除率} = \frac{\text{無散布区の病斑数} - \text{散布区の病斑数}}{\text{無散布区の病斑数}} \times 100$$

- 8 -

特開 昭55-98152(3)

化および防除効果を顕著にするためにその他の殺菌剤、殺虫剤、除草剤、植物生長調節剤等と混合して使用することができる。

次に本発明化合物を使用する若干の実施例を示すが、主成分化合物および添加物は以下の実施例に限定されるものではない。

実施例5（粉剤）

化合物番号1の化合物2部およびクレ-9.8部を均一に混合粉砕すれば有効成分2%を含む粉剤を得る。

実施例6（乳剤）

化合物番号2の化合物6.0部、メチルエチルケトン2.3部およびポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル1.7部を混合して溶解すれば有効成分6.0%を含む乳剤を得る。

実施例7（水和剤）

化合物番号3の化合物7.0部、アルキルベンゼンスルホン酸カルシウム5部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル5部および白土2.3部を均一に混合して均一組成の微分散状の有効成分

- 9 -

次にその試験結果を示せば第2表のとおりである。

試験例2 水稲こまはがれ病防除効果試験

温室内で直径9mの茶鉢鉢で土耕栽培した水稲（品種：朝日）の第4本葉期苗に実施例2に準じて調製した水和剤を水で希釈し所定の濃度にした薬液を散布し、散布1日後にこまはがれ病菌の分生子懸濁液を噴霧接種した。接種5日後に第4葉の1葉あたりの病斑数を調査し、下記式により防除率を算出した。

$$\text{防除率} = \frac{\text{無散布区の病斑数} - \text{散布区の病斑数}}{\text{無散布区の病斑数}} \times 100$$

次にその試験結果を示せば第2表のとおりである。

試験例3 トマトの疫病防除効果試験

温室内において直径9mの茶鉢鉢で土耕栽培したトマト幼苗（品種：世界一、第二本葉期苗）に実施例4に準じて調製した水和剤を水で希釈して所定濃度にした薬液を加圧噴霧器により散布した。散布1日後に病原菌菌液上に形成させたトマト疫

- 10 -

特開 昭55-98152(4)

第 2 表

試験例 番号	供試化合物 名	取付濃度 (ppm)	防除価 (%)	備考
1	1	200	100	なし
"	2	"	70	"
"	3	"	80	"
"	4	"	70	"
"	IBP	"	85	"
2	1	500	89	"
"	3	"	87	"
"	トリアジン	"	90	"
3	1	"	90	"
"	TPN	"	85	"
4	1	"	100	"
"	2	"	100	"
"	TPN	"	98	"

なお表中 IBP は 0,0 - ジイソプロピルエーベン
ジルホスホロチオレート トリアジンは 2,4 - ジ
クロロ - 6 - (0 - クロロアニリノ) - 1,3,5 -
トリアジンを、TPN は テトラクロロイソフタロニ

病斑の遊走子のうを水で希釈して懸濁させ、ト
ット葉に点噴塗した。発病後 20 日の経過（経過
95～98%）に保ち、3日後に調査して次式に
より防除価を算出した。

$$\text{防除価} = \left(1 - \frac{\text{発病葉数}}{\text{接種葉数}}\right) \times 100$$

その結果は第 2 表のとおりである。

試験例 4 ヤエウリベと病防除効果試験

温室内で底径 9 cm の鉢容器で土耕栽培したヤ
エウリ（品種：市販平白の第 2 次選別苗）に実施例
4 に示して調製した水和剤を水で希釈して所定
の濃度にした薬剤を加圧噴霧器により散布し取付
1 日後にベと病発生率のう懸濁液を噴霧接種し
た。発病 7 日後に第 1 葉の病斑面積割合を調査
し、無散布区との対比で防除価を算出した。試
験は 1 区 3 重複で行ない平均防除価を試験例 1 の
ようにして算出した。その結果は第 2 表のとおり
である。

- 11 -

トリルを含む市販の殺菌剤である。

試験例 5 各種植物病原菌に対する汎用性試験

薬剤をアセトンに溶解し、その 1 ml と 40 ml の前
後に含した培養液（糸状菌：PSA 培養 pH 5.8；細菌：
根腐培養液 pH 7.0）20 ml を直径 9 cm のシャー
ン内で混和し、所定濃度の薬剤含有培養液を調製す
る。一夜上層をはずしてアセトンをとばしたのち、
予め調製培養液で培養（糸状菌 24℃、細菌 28℃
2 日間）した供試菌の菌子懸濁液を白金耳で薬剤
含有培養液上に接種する。糸状菌は 24℃、細菌は
28℃で 48 時間培養後に各菌の生育状況を肉眼
観察で調査した。その結果は第 3 表のとおりであ
る。

調査基準（菌の生育基準）

- －：菌の生育が全く認められないもの
- ＋：菌液接種部に接種のコロニー形成が認めら
れるにすぎず、しかもその生育は著しく抑制さ
れているもの
- ＊：菌液接種部に多くのコロニー形成が認めら
れるが菌液部全面を覆うにいたらずその生育に

- 13 -

著しく抑制されているもの

- 卍：菌液接種部は白金皿に菌の生育が認められる
がその生育量は少ないもの
- 卐：菌液接種部全面に菌の生育が認められしかも
正常な生育をしているもの
- 卌：菌の生育は旺盛であり菌液接種部からけみだ
し未接種部に蔓延しているもの

第 3 表

供試化 合物名	調製 濃度 (ppm)	系 状 菌							細 菌
		ヤ エ ウ リ の わ れ 病 菌	ト マ ト の わ れ 病 菌	イ ネ の わ れ 病 菌	ブ ド ウ の わ れ 病 菌	ナ ン の わ れ 病 菌	イ ネ の わ れ 病 菌	イ ネ の わ れ 病 菌	
1	50	－	－	－	－	－	－	－	卍
薬剤添加	－	卍	卍	卍	卍	卍	卍	卍	卍

特許出願人 北興化学工業株式会社

- 14 -

- 492 -